

ВЛИЯНИЕ ВРЕМЕНИ ПАССИВАЦИИ НАНОПОРОШКОВ ЖЕЛЕЗА НА ДИНАМИКУ ПРОЦЕССА ВОСПЛАМЕНЕНИЯ НА ВОЗДУХЕ

Б.С. Сеплярский, М.И. Алымов, Н.М. Рубцов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН (ИСМАН), Черноголовка, Россия

*sepl@ism.ac.ru

Металлические нанопорошки пирофорны, т.е. способны самовоспламеняться при контакте с воздухом. Для того чтобы обеспечить безопасность процесса дальнейшей переработки нанопорошков в изделия, их пассивируют. Пассивация заключается в создании тонкой защитной пленки на поверхности частиц, которая препятствует самовозгоранию при извлечении порошков металлов из химических реакторов. В данной работе приведены результаты экспериментальных исследований зависимости временных характеристик воспламенения нанопорошков железа от времени пассивации после синтеза.

Для экспериментальных исследований воспламенения и пассивации использовали нанопорошки железа, полученные химико-металлургическим способом, который заключается в получении маловодных гидроксидов и их последующей термообработке в водороде. Основными этапами получения нанопорошков железа являются стадии осаждения гидроксидов железа, их сушка, восстановление и пассивация.

После осаждения гидроксида железа его промывали в воронке Бюхнера до $pH=7$ и сушили на воздухе до пыления. Далее гидроксид железа восстанавливали в токе водорода в трубчатой печи сопротивления при температуре $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Навеску порошка засыпали тонким слоем высотой $0.8\text{--}1\text{ мм}$ в кварцевую лодочку, которую помещали в газоплотный кварцевый реактор (рис. 1) и отжигали в печи. Реактор с порошком выдерживали в печи в течение 1 ч при температуре 400°C в токе водорода, затем извлекали из печи и охлаждали до 20°C в токе аргона. Для пассивации полученного порошка, которую проводили в том же реакторе, в поток аргона добавляли 3% воздуха. Время пассивации варьировали от 0 до 60 минут.

Затем из реактора извлекали кварцевую лодочку с порошком, которую устанавливали на предметный столик для проведения скоростной фотосъемки.

Воспламенение порошков изучали методом скоростной киносъемки с использованием цветной скоростной камеры Casio Exilim F1 PRO ($300\text{--}1200$ кадров в секунду). Начальная температура $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ непассивированного порошка была выбрана с целью увеличения времени образования первичных очагов и уменьшения скорости

распространения волн реакции. При температуре 20 °С зафиксировать первичные очаги реакции не удалось, т.к. они возникали в процессе извлечения лодочки из реактора.

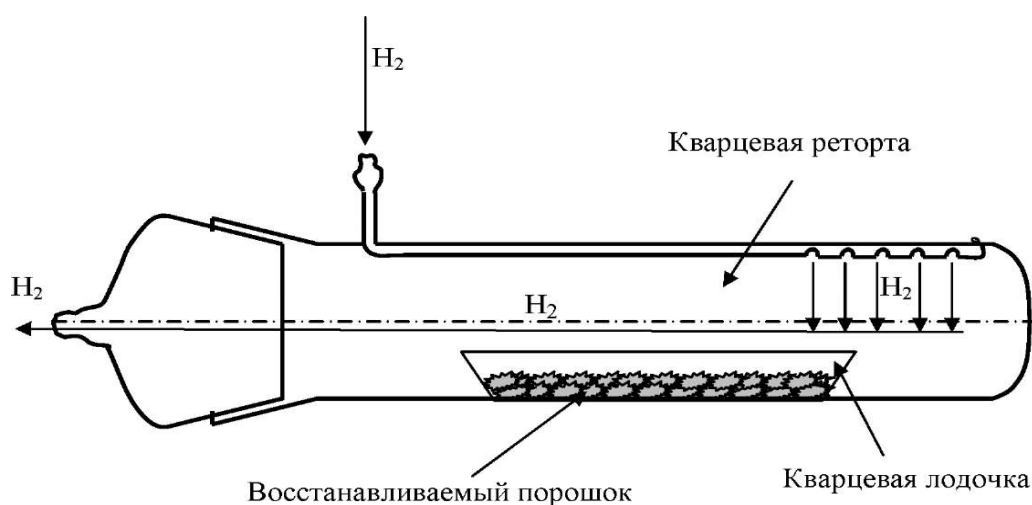


Рис. 1. Схема реактора для восстановления порошков.

Видеосъемка показала, что при контакте с атмосферным воздухом на поверхности порошка возникают очаги реакции, причем количество этих очагов заметно меньше для пассивированного порошка. Затем из первичных очагов распространяются волны реакции. Это означает, что длительность пассивации оказывает влияние на количество первичных очагов и время их возникновения: чем в большей степени пассивирован порошок, тем меньшее количество первичных очагов наблюдается при контакте порошка с атмосферным воздухом. Отметим, что наличие первичных очагов реакции свидетельствует о различной химической активности различных участков поверхности как непассивированного, так и пассивированного нанопорошка.

Из рис. 2 видно, что для слоя порошка толщиной 1 мм при длительности пассивации свыше 5 минут первичные очаги реакции не возникают и поверхность засыпки не изменяет свой цвет на воздухе.

Обнаруженные волны реакции на поверхности нанопорошка в темноте не заметны, что свидетельствует о протекании реакции при сравнительно низкой температуре. На то, что реакция протекает в тонком поверхностном слое нанопорошка, то есть в квазидвухмерном режиме, указывает тот факт, что порошок, находящийся в объеме засыпки, остается горючим. Действительно, если тонким керамическим шпателем извлечь этот порошок из-под прореагировавшего поверхностного слоя и распылить на воздухе, то порошок будет интенсивно гореть с ярким свечением.

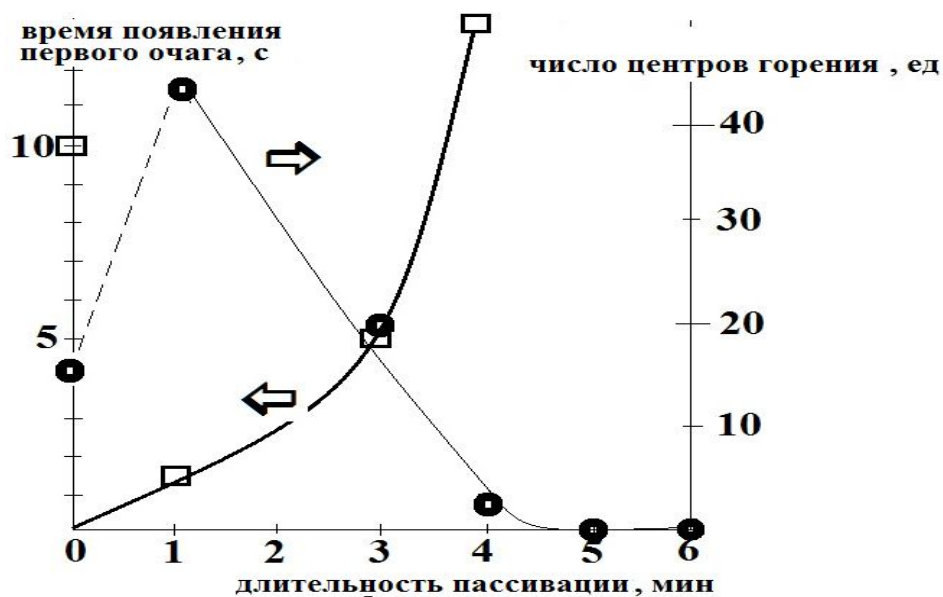


Рис. 2. Зависимость времени появления первого очага реакции (квадраты) и количества первичных очагов (точки) от длительности пассивации при начальной температуре нанопорошка 20 °С (толщина засыпки нанопорошка равна 1мм). Точка, соответствующая нулевому времени пассивации, получена при начальной температуре нанопорошка 0 °С.

Следует отметить, что пассивация порошка железа в течение более 5 мин приводит к исчезновению поверхностного двухмерного режима горения. Порошок, извлекаемый керамическим шпателем из-под поверхностного слоя, на воздухе, также не воспламеняется. Однако, если воспламенить этот порошок внешним источником, то порошок интенсивно горит. Рентгеновский анализ показал, что нанопорошки, полученные при времени пассивации больше 6 мин в потоке аргона, содержащего 3% воздуха, состоят только из железа.

Исследование выполнено при финансировании Российского Научного Фонда грант № 16-13-00013.